

08.12.03

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

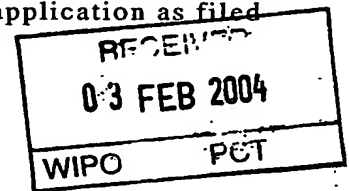
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 4月16日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-111694  
[ST. 10/C]: [JP 2003-111694]

出 願 人  
Applicant(s): 信越半導体株式会社

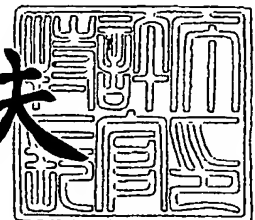


PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 1月16日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 0300024

【提出日】 平成15年 4月16日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

    【住所又は居所】 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内

    【氏名】 櫻田 昌弘

【発明者】

    【住所又は居所】 福井県武生市北府2丁目13番50号 信越半導体株式会社 武生工場内

    【氏名】 添田 聡

【特許出願人】

    【識別番号】 000190149

    【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100102532

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 好宮 幹夫

    【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 043247

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9703915

【プルーフの要否】

要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶製造用黒鉛ヒーター及び単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項2】 前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることを特徴とする請求項1に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項3】 前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項4】 前記発熱分布の周期は、1周期が $180^{\circ}$ であることを特徴とする請求項3に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項5】 前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲でずれたものであることを特徴とする請求項3または請求項4に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項6】 前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項7】 前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端

から下端の長さの70%以上の長さであることを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【請求項8】 少なくとも、請求項1ないし請求項7のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

【請求項9】 請求項8に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、チョクラルスキー法によって単結晶を製造する際に用いる単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法に関し、特に単結晶の結晶欠陥を高精度に制御し且つその単結晶を生産効率良く製造するのに適した単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置並びに単結晶製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキー法（Czochralski Method、以下CZ法と略称する）により製造されている。

【0003】

CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図6に示すような単結晶製造装置10を用いて製造される。この単結晶製造装置10は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー11内に収容されている。メインチャンバー11の天井部からは上に伸びる引き上げチャンバー12が接続されており、この上部に単結晶13をワイヤー14で引上げる機構（不図示）が設けられている。

【0004】

メインチャンバー11内には、溶融された原料融液15を収容する石英ルツボ

16とその石英ルツボ16を支持する黒鉛ルツボ17が設けられ、これらのルツボ16、17は駆動機構（不図示）によって回転昇降自在にシャフト18で支持されている。このルツボ16、17の駆動機構は、単結晶13の引き上げに伴う原料融液15の液面低下を補償すべく、ルツボ16、17を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

#### 【0005】

そして、ルツボ16、17を囲繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒーター19が配置されている。この黒鉛ヒーター19の外側には、黒鉛ヒーター19からの熱がメインチャンバー11に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材20がその周囲を取り囲むように設けられている。

#### 【0006】

また、引き上げた単結晶を冷却する冷却筒23とその下部に黒鉛筒24が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引き上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒24の内側下端に原料融液15と対向するように内側断熱筒25を設けて融液面からの輻射をカットするとともに結晶からの輻射熱を上方に逃がす構造とし、さらに黒鉛筒24の外側下端に原料融液15と対向するように外側断熱材26を設けて融液面からの輻射をカットするとともに原料融液表面を保温するようにしている。

#### 【0007】

尚、通常用いられる黒鉛ヒーター19を図7に示した。この黒鉛ヒーターの形状は、円筒形状であり、主に等方性黒鉛でできている。現在主流である直流方式では、端子部27を2本配し、その端子部27で黒鉛ヒーター19を支える構造になっている。黒鉛ヒーター19の発熱部28は、より効率的に発熱できるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット29と、発熱部28の下端から上へ延びる下スリット30の2種類のスリット29、30が数箇所から数十箇所刻まれている。このような黒鉛ヒーター19は、発熱部28のうち、特に、上スリット29の下端と下スリット30の上端の間の部分である各発熱スリット部31から主に発熱する。

#### 【0008】

以上のような図 6 に示した単結晶製造装置内に配置された石英ルツボ 16 に原料塊を収容し、このルツボ 16 を、上記のような黒鉛ヒーター 19 により加熱し、石英ルツボ 16 内の原料塊を溶融させる。このように原料塊を溶融させたものである原料融液 15 に、ワイヤー 14 の下端に接続している種ホルダー 21 で固定された種結晶 22 を着液させ、その後、種結晶 22 を回転させながら引き上げることにより、種結晶 22 の下方に所望の直径と品質を有する単結晶 13 を育成する。この際、種結晶 22 を原料融液 15 に着液させた後に、直径を 3 mm 程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引き上げている。

#### 【0009】

このような CZ 法によって製造されるシリコン単結晶は、主として半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入される G r o w n - i n 結晶欠陥の問題がより重要となっている。

#### 【0010】

ここで、G r o w n - i n 結晶欠陥について説明する。

シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされている F P D ( F l o w P a t t e r n D e f e c t ) 等の G r o w n - i n 欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これらの欠陥が存在する領域は V ( V a c a n c y ) 領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴い O S F ( 酸化誘起積層欠陥、 O x i d a t i o n I n d u c e d S t a c k i n g F a u l t ) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、このリングの外側に格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられている L E P ( L a r g e E t c h P i t ) 等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域は I ( I n t e r s t i t i a l ) 領域と呼ばれている。さらに、成長速度を低速にすると、O S F リングがウェーハの中心に収縮して消滅し、全面が I 領域となる。

#### 【0011】

近年、V 領域と I 領域の間で O S F リングの外側に、空孔起因の F P D 等も

、格子間シリコン起因のLEP等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN（ニュートラル、Neutral）領域と呼ばれる。さらに、OSF領域の外側でN領域の一部にCuデポジション処理で検出される欠陥が存在する領域があることも発見されている。

#### 【0012】

これらのGrown-in欠陥は、引き上げ速度（V）と単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）の比である $V/G$ というパラメーターにより、その導入量が決定されると考えられている（例えば、非特許文献1。）。すなわち、 $V/G$ が一定になるように、引き上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引き上げることができる。しかしながら、例えば、N領域といった所定無欠陥領域に引き上げ速度を制御して単結晶を引き上げる場合、その単結晶は低速育成となるため、生産性の大幅な低下による製造コストの上昇が免れなかった。そのため、この単結晶の製造コストを下げるために、より高速で単結晶を育成して生産性を上げることが望まれているが、これは、理論的には単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きくすることで達成できる。

#### 【0013】

従来、効果的な冷却体を備えたチャンバーおよびホットゾーン構造を用いて、さらにはヒーターからの輻射熱を効率的に遮断することで、引き上げ中の単結晶を冷却して単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法が提案されている（例えば、特許文献1。）。これらは、主としてルツボ内に収容された原料融液の表面より上部の炉内構造を変更することにより行うものである。

#### 【0014】

また、熱伝導輻射部材を黒鉛ルツボの下部に配置し、黒鉛ヒーターからの輻射熱を受けて熱伝導により熱を伝えルツボに向かって輻射熱を放出する方法によって、効率良く黒鉛ルツボを囲む黒鉛ヒーターの消費電力を下げ、全体の熱量を下げることにより引き上げ中のシリコン単結晶への輻射熱を低減して固液界面近傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法も提案さ



れている（例えば、特許文献2）。

しかしこれらの方法だけでは、十分に単結晶の高速成長を達成したとは言い難くまだ改良の余地があった。

#### 【0015】

##### 【特許文献1】

国際公開第97/21853号パンフレット

##### 【特許文献2】

特開平12-53486号公報

##### 【非特許文献1】

V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625~643

#### 【0016】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合だけでなく、結晶径方向で酸素濃度の均一性を高めたシリコン単結晶を引き上げる場合にも、温度分布を高精度に制御して所望の品質の結晶を得るとともに、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法を提供することを目的とする。

#### 【0017】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリット及び前記下スリット

の長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する（請求項1）。

#### 【0018】

このように、前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したヒーターは、ヒーター自体が有する発熱分布によって、原料融液にルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を起こすことができる。この縦方向の対流により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えばN領域のシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節により、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。さらに、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一化することも可能である。

#### 【0019】

この場合、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることが好ましい。

#### 【0020】

このように、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることで、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向でより一層均一化することができる。また、原料融液内でルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を適度に促進することができる上に、結晶内の固液界面近傍の温度勾配（G）を半径方向でほぼ均一にすることもできる。従って、例えばN領域といった所定無欠陥領域の製造マージンを拡大することができる。安定してしかも高速で所定無欠陥領域の単結晶を製造することができる。

#### 【0021】

この場合、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形

成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく（請求項3）、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が $180^{\circ}$ であることが好ましい（請求項4）。

#### 【0022】

このように、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとする事で、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

#### 【0023】

この場合、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲でずれたものであることが好ましい（請求項5）。

#### 【0024】

このように、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲でずれたものとする事で、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

#### 【0025】

この場合、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることが好ましく（請求項6）、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることが好ましい（請求項7）。

#### 【0026】

このように、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることで、また、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることで、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側及び下側に、発熱スリット部を分布させることが簡単にできる。

#### 【0027】

さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し（請求項8）、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する（請求項9）。

#### 【0028】

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、特に結晶欠陥がないとともに結晶径方向で酸素濃度の均一性が高い高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

#### 【0029】

本発明者らは、CZ法によりシリコン単結晶を製造する場合につき、黒鉛ヒーターが石英ルツボを加熱した時に生じる原料融液の温度分布が引き起こす対流と、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）との関係についてFEMAGやSTHAMAS-3D等のソフトウェアによるシミュレーション解析を行った。

#### 【0030】

ここで、FEMAGは、文献（F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)）に、またSTHAMAS-3Dは、文献（D. Vizman, O. Graebner, G. Mueller, Journal of Crystal Growth, 233, 687-698 (2001)）に開示されている総合伝熱解析ソフトである。

#### 【0031】

このシミュレーション解析の結果、本発明者らは、黒鉛ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにこの対流をヘリカルな方向に促進させることも温度勾配（G）の上昇に有効であることを見出した。

#### 【0032】

この縦方向の対流を促進させる手段として、通常の黒鉛ヒーターの他にルツボの底の方からルツボ中の原料融液を熱するためのボトムヒーターを設置する方法、あるいはルツボ中の原料融液を上下から熱するための上下2段の黒鉛ヒーター

を設置する方法等が考えられる。しかし、これらの方法は、炉内設備が複雑化し、また消費電力が嵩むために、経済的メリットが期待できない。

#### 【0033】

一方、原料融液の上下方向の温度分布は、製造される単結晶の品質に影響を与えることがある。特に、単結晶製造中に石英ルツボから原料融液内に溶出し、結晶内部に取り込まれる酸素は、該単結晶からウエーハを製造する際の熱処理工程において、ウエーハバルク内に酸素析出物を形成し、それがプロセス中に内方拡散する重金属元素のゲッタリングサイトと成り得るため、製造されるウエーハの品質にも大変重要な役割を果たしている。したがって、酸素析出物形成のソースと成る酸素濃度を、結晶径方向で均一化した分布を有するものとする要求が、近年、デバイスの高性能化と共に厳しくなりつつある。

#### 【0034】

そこで本発明者らは、さらに、上下2箇所の発熱ピークのうち、上側ピークの発熱量が下側ピークの発熱量より大きくなるように設計すれば、結晶径方向の酸素濃度分布をより一層均一化できることを見出した。

#### 【0035】

以上のことから、本発明者らは、ルツボを囲繞するように配置される黒鉛ヒーター単体で、ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにその対流をヘリカルな方向に促進させた上、ヒーター上部への発熱量がルツボの底またはルツボR部への発熱量よりも大きいものとすることができれば、生産性良く、かつ低コストで目標とする品質を有する単結晶を製造可能であることに想到し、本発明を完成した。

#### 【0036】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーターがルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持つよう不均一な温度分布を有する

ように設計したものであり、さらに、ルツボの上部への発熱量がルツボの底またはルツボR部への発熱量よりも高くなるように設計したものである。

#### 【0037】

図1に本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す。該黒鉛ヒーターは、端子部27からの電流の電流路が発熱部28で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリットを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、4種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリットAと、該上スリットAより長い上スリットBとの2種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリットCと、該下スリットCより短い下スリットDとの2種類のスリットを設けた。

#### 【0038】

さらに、上スリットAの本数が、下スリットDの本数よりも多くなるように設計した。この上スリットAの本数は、下スリットDの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲になるように設計するのが好ましい。1.5倍以上とすれば、製造する単結晶の結晶径方向の酸素濃度をより一層均一にすることができるため、この単結晶から製造されるウエーハは優れたゲッタリング能力を面内で均一に有するものとできる。また、ルツボ上部への加熱が十分に行われ、結晶内の固液界面近傍の温度勾配(G)が半径方向で略均一にすることができる。一方、5倍以下であれば、ルツボ下部への加熱も十分に行われ、ルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を効果的に促進することができ、引き上げ中の単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)を高める効果を十分に得られる。

#### 【0039】

この時、上スリットAと下スリットDについては、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さになるように設計するのが好ましく、また、上スリットB及び下スリットCは、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さになるように設計するのが好ましい。これにより、上スリットAとそれに対応する下スリットCとが形成する発熱スリット

部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側に位置させることができ、また、下スリットDとそれに対応する上スリットBが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の下側に位置させることができる。

尚、上スリットAについては、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの20%～40%の範囲の長さになるように設計するのがより好ましい。これにより、結晶径方向の酸素濃度の均一性をより一層高めることができる。

#### 【0040】

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その1周期が $180^{\circ}$ になるようにしている。また、例えば、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期を、円周方向で $105^{\circ}$ ずらして、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が $105^{\circ}$ ずれるようにしている。

尚、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で $45^{\circ}$ 以上 $135^{\circ}$ 以下の範囲でずれたものとするのが好ましく、この範囲内とすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に確実に促進させることができる。

#### 【0041】

このような黒鉛ヒーターで加熱した時のルツボ内に収容された原料融液の温度分布を図2に示す。図2(a)に示すように、上スリットA及び下スリットCにより形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第1象限から第2象限、第3象限から第4象限にあたる部分の一部で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図2(b)に示すように、上スリットB及び下スリットDにより形成される発熱スリット部は、第1象限から第4象限、第2象限から第3象限に当たる部分の一部で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、ルツボ内の原料融液は、全体として図2(c)に示すような不均一な温度分布となっており、ルツボ上部への発熱量が、ルツボ下部への発熱量よりも大きくなっている。

#### 【0042】

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これにより、2次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上凸形に変化し易く、OSFがより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N領域の結晶を高速で引き上げることができる。

#### 【0043】

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したものであるもので、原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることくらいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

さらに、製造する単結晶を、酸素濃度が結晶径方向で均一性が高いものとでき、その単結晶から製造するウエーハは優れたゲッタリング能力の面内均一性を有するものとなる。

#### 【0044】

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えばN領域といった所望とする無欠陥領域、あるいは所望とする欠陥領域の単結晶で、かつ酸素濃度が結晶径方向で略均一である単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

#### 【0045】

##### 【実施例】

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて具体的に説明する。

##### （実施例1）



図6に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径24インチ(600mm)の石英ルツボに、原料多結晶シリコン150Kgをチャージし、直径8インチ(200mm)、方位<100>のシリコン単結晶を、結晶の中心部で4000Gの横磁場を印加しながら引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を0.7mm/minから0.3mm/minの範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃度が22~23ppma(ASTM'79)となるようにシリコン単結晶を製造した。

#### 【0046】

この際、黒鉛ヒーターは、図1に示したものを用了。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が500mmであり、上スリットAが6本、上スリットBが4本、下スリットCが8本、下スリットDが4本設けられている(上スリットAの本数/下スリットDの本数=1.5)。上スリットAと下スリットDは、それぞれ、長さ200mmであり、上スリットBと下スリットCは、それぞれ、長さ400mmである。

#### 【0047】

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

すなわち、結晶固化率約10%以上(本実施例の条件の場合、結晶直胴部が10cm以上)のところで下記のように調査した。

#### 【0048】

(a) FPD(V領域)およびLEP(I領域)の調査:

結晶軸方向10cm毎の長さで約2mm厚のスラブサンプルを採取し、平面研削後、30分間セコエッチング(無攪拌)の後、サンプル面内密度を測定した。

(b) OSF領域の調査:

結晶軸方向10cm毎の長さで約2mm厚のスラブサンプルを採取し、Wet-O<sub>2</sub>雰囲気中、1100℃で100分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) Cuデポジション処理による欠陥の調査:

処理方法は以下のとおりである。

- 1) 酸化膜 : 25 nm
- 2) 電界強度 : 6 MV/cm
- 3) 通電時間 : 5 分間

## 【0049】

その結果、各領域の分布状況は図3(a)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.54 mm/min。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.53 mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.52 mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.50 mm/min。

## 【0050】

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10 cmから直胴尾部まで0.52 ~ 0.50 mm/minに制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図4(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、Cモード測定条件は次のとおりである。

- 1) 酸化膜 : 25 nm
- 2) 測定電極 : リン・ドープ・ポリシリコン
- 3) 電極面積 : 8 mm<sup>2</sup>
- 4) 判定電流 : 1 mA/cm<sup>2</sup>

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

## 【0051】

次に、上記酸化膜耐圧特性の評価で用いたのと同じ方法で作製したウエーハを用いて、面内径方向の酸素濃度分布評価を行った。具体的には、酸素濃度の測定方法としてFT-IR(フーリエ変換赤外分光分析)法を用い、ウエーハ両端から5 mm地点同士を結び、かつウエーハ面の中心を通る直線上で、合計21点を測定点として、酸素濃度の測定を行った。その結果を図5に示す。

図5から、本発明のヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度を、面内径方向で略均一にできることが判る。

#### 【0052】

##### (比較例1)

黒鉛ヒーターとして、図7に示したものをを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が500mmであり、上スリットが10本、下スリットが12本設けられている。上スリットは、全部長さ400mmであり、下スリットは、全部長さ400mmである。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例1と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実施例1と同様に、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

#### 【0053】

その結果、各領域の分布状況は図3(b)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度=0.50mm/min。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度=0.49mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度=0.48mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度=0.46mm/min。

#### 【0054】

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで0.48~0.46mm/minに制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図4(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し、実施例1と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

#### 【0055】

次に、上記酸化膜耐圧特性の評価で用いたのと同じ方法で作製したウエーハを用いて、実施例 1 と同様の方法で面内径方向の酸素濃度分布評価を行った。その結果を図 5 に示す。

図 5 から、従来のヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度が、実施例 1 と比較して、面内径方向で大きく変化して分布することが判る。

#### 【0056】

図 3 は、実施例 1 と比較例 1 の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域の単結晶を育成する場合、比較例 1 では、成長速度を  $0.48 \sim 0.46 \text{ mm/min}$  として低速で育成する必要があるのに対して、実施例 1 では、成長速度を  $0.52 \sim 0.50 \text{ mm/min}$  として非常に高速で育成することができることが判る（図 3 参照）。

従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一にできる上に、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げるができる。

#### 【0057】

尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

#### 【0058】

例えば、上記実施例では、シリコン単結晶の引き上げ時に結晶の中心部で  $4000 \text{ G}$  の横磁場を印加した MCZ 法について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、磁場を印加しない CZ 法にも適用できる。

また、上記実施例では、製造するシリコン単結晶の直径が 8 インチ ( $200 \text{ mm}$ ) の場合について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、如何なる口径の結晶を製造する場合であろうと、また如何なるサイズの単結晶製造装置を用いる場合であろうと適用できる。

#### 【0059】

**【発明の効果】**

以上説明したように、本発明によれば、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で供給することができる上に、製造したシリコン単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一にすることができる。

**【図面の簡単な説明】****【図1】**

本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

**【図2】**

図1の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

- (a) 原料融液表層側の温度分布、
- (b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、
- (c) 原料融液の全体の温度分布。

**【図3】**

単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

(a) 実施例1、(b) 比較例1。

**【図4】**

単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の成長速度に制御してシリコン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例1と比較例1で比較した比較図である((a)、(b))。

**【図5】**

酸素濃度の面内径方向の分布を示すグラフである。

**【図6】**

単結晶製造装置の概略図である。

## 【図 7】

従来の黒鉛ヒーターの 1 例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

## 【符号の説明】

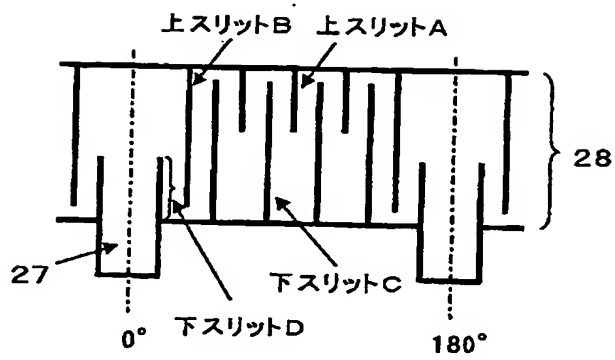
10…単結晶製造装置、 11…メインチャンバー、 12…引き上げチャンバー、 13…単結晶、 14…ワイヤー、 15…原料融液、 16…石英ルツボ、 17…黒鉛ルツボ、 18…シャフト、 19…黒鉛ヒーター、 20…断熱部材、 21…種ホルダー、 22…種結晶、 23…冷却筒、 24…黒鉛筒、 25…内側断熱筒、 26…外側断熱材、 27…端子部、 28…発熱部、 29…上スリット、 30…下スリット、 31…発熱スリット部。

【書類名】

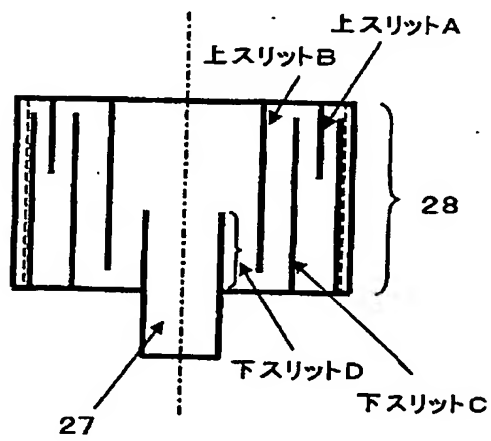
図面

【図 1】

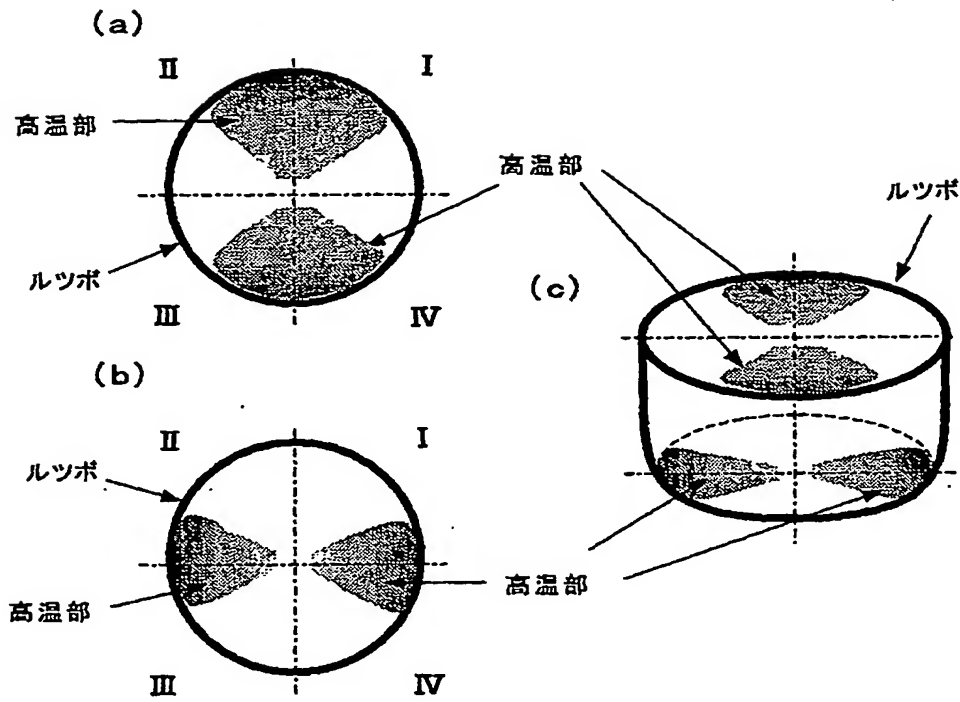
(a)



(b)

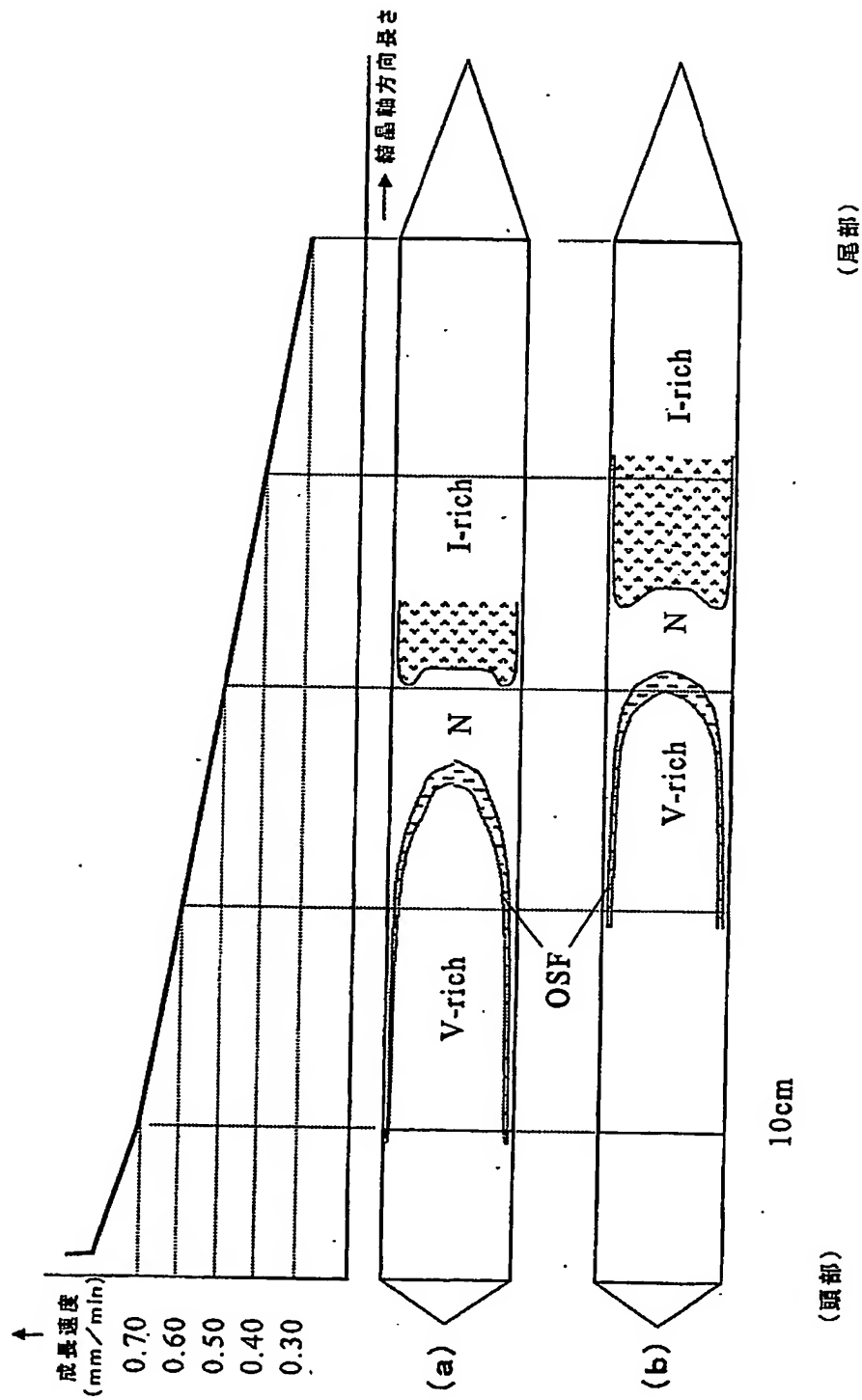


【図 2】

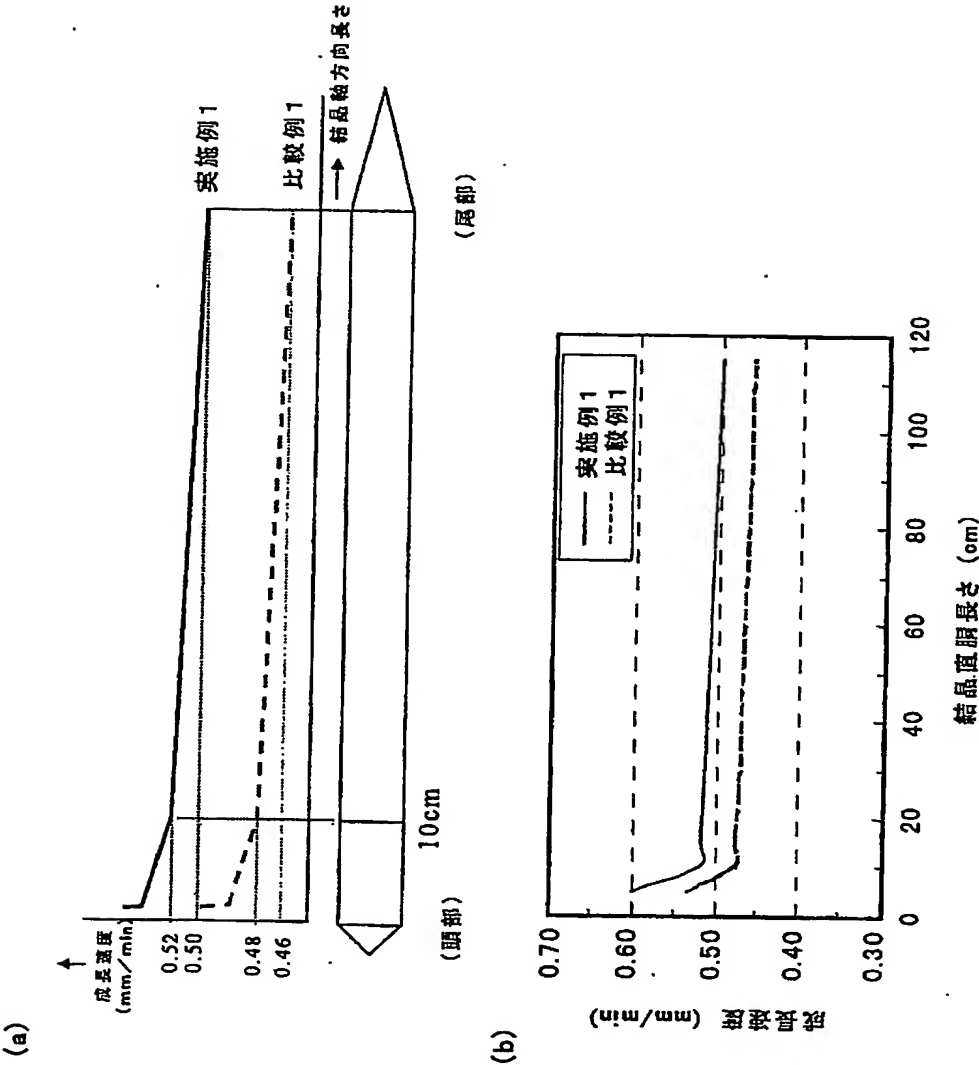




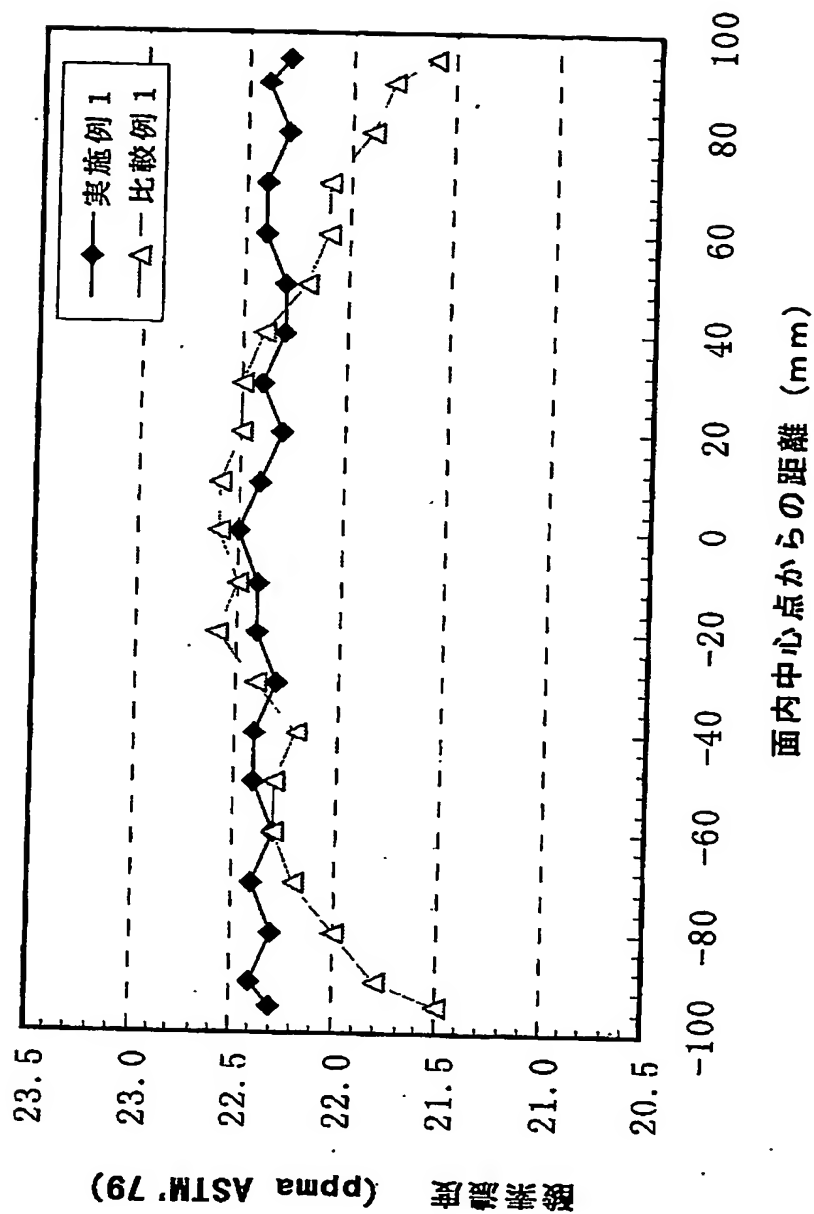
【図3】



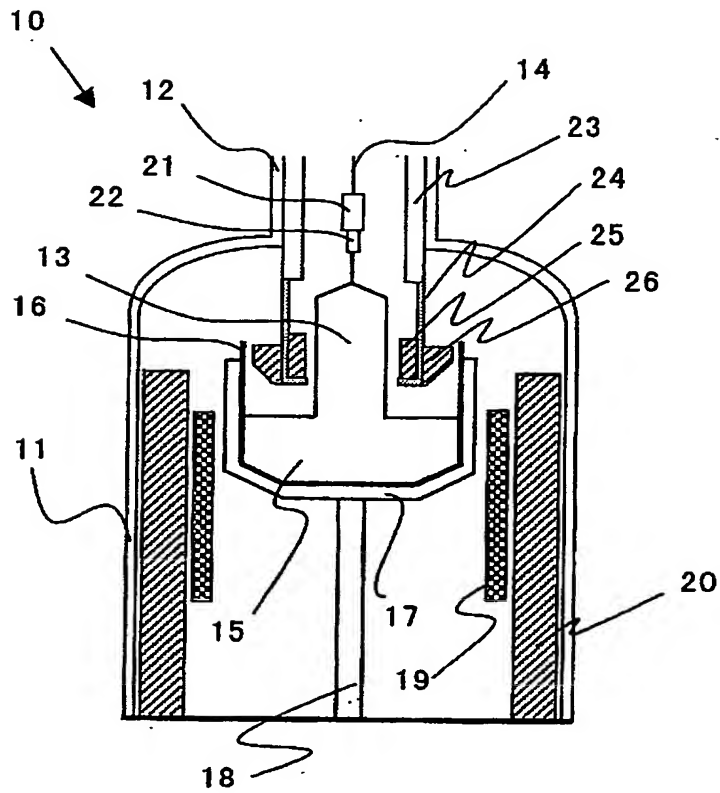
【図 4】



【図 5】

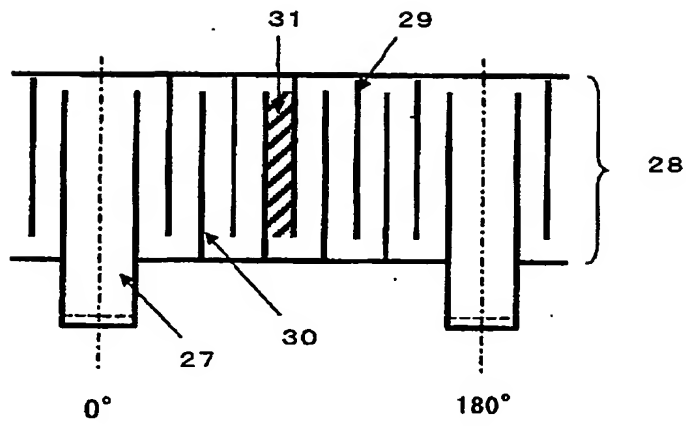


【図 6】

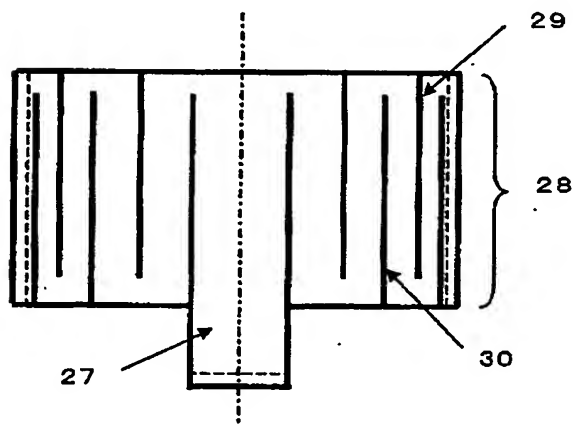


【図 7】

(a)



(b)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 所定無欠陥領域又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

【解決手段】 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 9 0 1 4 9 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 7 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号

氏 名

信越半導体株式会社